



CNAS-CL04-A00X

标准物质/标准样品生产者能力认可准则
在气体领域的应用说明
(征求意见稿)

Guidance on the Application of Accreditation Criteria for the
Competence of Reference Material Producers in the Gas Field
(draft)

中国合格评定国家认可委员会

前 言

本文件由中国合格评定国家认可委员会（CNAS）制定，是CNAS根据气体标准物质/标准样品生产的特性而对CNAS-CL04:2017《标准物质/标准样品生产者能力认可准则》所作的进一步说明，并不增加或减少该准则的要求。

本文件与CNAS-CL04:2017《标准物质/标准样品生产者能力认可准则》同时使用。

在结构编排上，本文件章、节的条款号和条款名称基本采用CNAS-CL04:2017中章、节的条款号和条款名称（为避免编号混淆而增加的除外），对CNAS-CL04: 2017应用说明的具体内容在对应条款后给出，CL04相应内容以“”引出，应用说明内容以斜体给出，并在原条款号前面加*A*，如*A 5.3*。

本文中提及的“程序”，是要求实验室形成文件规定，不一定以程序文件形式存在。

本文件为首次制定发布。

标准物质/标准样品生产者能力认可准则

在气体领域的应用说明

1 范围

本文件规定了在气体领域中标准物质/标准样品生产者能力认可时需要满足的特定要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过引用而成为本文件的条款。以下引用的文件，注明日期的，仅引用的版本适用；未注明日期的，引用文件的最新版本（包括任何修订）适用。

GB/T 27025 《检测和校准实验室能力的通用要求》

3 术语和定义

CNAS-CL04 中的术语和定义适用于本文件，此外本文件还采用下列定义：

3.8 气体标准物质/标准样品 gas reference material

以混合气体或纯气形式存在和使用的标准物质/标准样品。

注：气体标准物质/标准样品也称标准气体。

（来自 JJF1344-2012，修改采用，增加“标准样品”。）

5 结构要求

“5.3 RMP 应

e) 有技术管理层，全面负责技术运作，同时提供确保标准物质/标准样品每个生产环节质量所需的资源；”

A 5.3e) 管理层应当熟悉国家有关法律法规，具有质量管理的实践经验，至少有 1 名技术人员能力不低于关键技术人员，应当有能力对标准气体生产管理和质量管理中实际问题作出正确判断和处理。

6 资源要求

6.1 人员

“6.1.1 RMP 应确保所有涉及标准物质/标准样品生产的人员受到监督且胜任、并按照管理体系的要求进行工作。”

A 6.1.1 对标准气体生产人员的监督需有监督记录，以确保其胜任工作。

“6.1.3 RMP 应确保所有依据管理体系要求从事每种标准物质/标准样品生产相应活动人员（包括技术管理人员）的能力。应有足够的人员具有胜任其职责所需要的教育、培训、专业知识和经验。”

A 6.1.3 RMP 管理层中至少应包括一名在标准气体领域内具有足够知识和经验的人员，负责相关技术活动。关键技术人员（生产制备、检测、统计赋值、批准发证）应具有化学、检验学、仪器仪表或与标准气体相关专业（以下简称化学或相关专业）的本科及以上学历或五年以上标准气体生产制备、检测研发等相关的工作经历。

“6.1.4 RMP 应有确定培训需求和提供人员培训的程序。培训计划应与 RMP 当前和预期的生产任务相适应。”

A 6.1.4 标准气体生产人员的培训应涵盖专业技术知识，如可燃气体爆炸限及有毒气体短时间接触容许浓度等，也可包括其他关安全和职业卫生防护知识。

6.4 设施和环境条件

“6.4.3 在所有标准物质/标准样品的制备、校准和检测场所，除了满足对湿度和温度的要求之外，还应防止其他一些环境因素的影响如不相容的活动、振动、气溶胶、空气中的粉尘、微生物污染、磁场、光和电磁场和/或电离辐射（如适用）。”

A 6.4.3 必要时，RMP 可配置不间断电源（UPS）和/或双路电源以保证关键设备的正常工作。使用天平进行称量法配制标准气体时天平应避开有气流和通风的影响，且天平要单独放置牢固可靠、台面水平度要好、防震的台子上，防止阳光照射并远离震动源或采取防震措施。

7 技术和生产要求

7.2 生产策划

“7.2.3 在生产策划阶段，RMP 应考虑以下过程：

a) 材料的选择（适用时包括采样）；”

A 7.2.3 a) RMP 生产制备所用的原料应具有生产厂家提供的质量证书、分析报告或纯度信息；RMP 应识别原料中对标气质量有较大影响的杂质，对其含量进行确认，并确保

原料能满足生产要求；当测量结果表明原料纯度不能满足生产目标要求时，应对原料采取提纯等处理措施，并对处理后原料纯度进行重新测定和评价。原料之间一般不应发生化学反应，除非已知这种化学反应是气体标准物质/标准样品制备的关键环节，而且该化学反应的转化效率以及安全性均已被合理评估。

7.5 材料制备

7.5.1 RMP 应建立程序以确保材料按照预期用途进行适当制备。材料制备程序应至少包括：

- a) 验证材料类型和/或特征的定性分析；
- b) 合成、提纯（如：蒸馏、萃取）、培育、和转换成最终形态（如：机加工、研磨、混合、筛分和缩分、挤出/挤压、熔融）；
- c) 均匀化；
- d) 适当的处理（如：防止污染和使用惰性设备）（见 7.4）；
- e) 用于材料制备控制的测量（如：粒度分布、含水量）；
- f) 制备设备和样品容器的预处理、清洁或灭菌；
- g) 材料的稳定化（如：干燥、辐照、灭菌）；
- i) 安全预防措施。”

A 7.5.1:

a) 对标准气体的原料中的关键杂质和重要杂质的分析要保证其计量溯源性，并验证是否满足制备需求；

b) 标准气体的制备工艺：对于混合标准气体根据预配制的组分浓度和特性，设计标准气体以及预混合气体在使用温度下极限充装压力，组分的加入量及加入顺序；对于通过转化形成最终组分的处理措施（如通过三聚甲醛制备甲醛，通过一氧化氮加氧制备二氧化氮标准气体等）；对于纯气标准气体应关注气体纯度及有害杂质的含量。（细分成不同类型如混合气、纯气、转化气等）

c) 材料的均匀化处理（如：标准气体分析或者用于预混合气之前，必要时将标准气体放置到滚瓶机上进行均匀化处理；标准气体应保存在适当温度下，防止低于使用温度产生液化造成的不均匀）；

d) 适当的处理（如：根据气体性质选择合适的管路、阀门，对设备进行气密性的检查，保证装置的气密性良好，防止管路吸附、解吸、材料转移造成的污染）；

e) 用于材料制备控制的测量（如：天平的精度、最小称量应满足制备不确定度的要求、对分析仪器、天平、压力表、真空计、温湿度计等测量设备的计量溯源性控制）；

f) 包装容器的预处理（如：抽空置换、干燥处理、钝化处理及预饱和处理）；

g) 材料的稳定化：由于标准气体的稳定性取决于气瓶与材料的适用性及材料本身的稳定

性，按照气体的性质选择合适的气瓶，应对材料浓度的适用性进行验证。

i) 安全预防措施（如：气体报警器、排风装置、解毒装置、吸收装置、防护面罩等；对可燃性、毒害性、腐蚀性材料的风险控制；以及气瓶及附件的风险控制）。

7.9 标准值的计量溯源性

“7.9.1 生产有证标准物质/标准样品时，应根据 ISO/IEC 17025 的相关要求建立标准值的计量溯源性。RMP 应提供标准值计量溯源到规定参考标准的证据。”

A 7.9.1 应基于标准值的测量方法和测量原理建立测量模型，针对模型中具有重要影响的输入量建立量值溯源方案，并保留相关的校准证书、标准物质/标准样品证书以及方法确认和验证等记录，确保标准值的计量溯源性。

a) 基于称量法获得标准值时，可以参照 ISO 6142.1 的规定建立测量模型，并通过量值比对或制备一致性核验来确认标准值的计量溯源性。

注 1：可行时，优先采用与其他同水平或更高水平的标准气体进行量值比对的方式确认标准值的计量溯源性。

注 2：制备一致性核验，即制备一批标称值接近的标准气体，比较它们的一致性。

b) 基于比较法获得标准值时，应采用上一级标准气体校准测量仪器并建立校准函数或分析函数，即测量模型；上一级标准气体的基体与标准气体候选物相同并且量值相匹配，以确保标准值的计量溯源性。

注：可以参照 ISO 6143 或 ISO 12963 规定的测量程序建立测量模型，测量模型可以包括单点校准、两点校准和多点校准等；通常情况下，用于建立测量模型的上一级标准气体特性值范围应覆盖标准气体候选物的特性值范围。

c) 杂质扣除法通常用于获得气体纯度标准值，应分析对不确定度评估造成显著影响的杂质，并采用适当的校准实现杂质的可靠定量，并评估杂质测量的不确定度。

7.10 均匀性评估

“7.10.1 RMP 应评估所有最终包装的候选标准物质/标准样品的均匀性，以确保与目的相符。”

A 7.10.1 标准气体单瓶制备时，不需评估瓶间均匀性。如标准气体批量制备，应评估瓶间均匀性。标准气体需采用放压实验评估瓶内均匀性。

7.11 稳定性评估和监测

“7.11.1 RMP 应：

d) 选择监测标准物质/标准样品长期储存稳定性的方案，该方案可以及时检测到变化，并考虑到可能的变化速率；

f) 当使用说明书允许标准物质/标准样品单元可以重复取样或整个标准物质/标准样品单元可以重复使用时，应评估对样品稳定性的可能影响并采取相应措施。”

A 7.11.1 d) 稳定性研究结果符合预期要求的标准气体进行复制时，可不开展长期储存稳定性监测；

A 7.11.1 f) 对于已采用放压实验评估瓶内均匀性的标准气体，重复使用时可不评估样品的稳定性。

7.12 定值

“7.12.2 RMP 应界定待定值的特性是定量还是定性；如是定量特性，应明确被测量是由程序定义的，还是由独立于任何特定程序所定义。”

A 7.12.2 通常气体标准物质/标准样品的特性值属于定量特性值，且独立于任何特定程序定义。

注：气体标准物质/标准样品常见的标准值测量单位包括：摩尔分数（如 $\mu\text{mol/mol}$ ）。

“7.12.3 RMP 应选择适合标准物质/标准样品预期用途的定值策略。”

A 7.12.3 应依据气体标准物质的类型、预期指标等选择合适的定值方法，例如称量法、比较法或杂质扣除法。

a) 采用称量法定值，应明确标准值计量溯源性的确认方式。

b) 采用比较法定值，应确保上一级标准气体的量值范围和不确定度满足目标，并确定所采用的测量模型。

c) 气体纯度标准物质/标准样品的定值通常采用杂质扣除法，应按照 ISO 19229 的规定，确保所有重要杂质测量结果的计量溯源性。

“7.12.4 无论在标准物质/标准样品文件是否需要报告溯源性和测量不确定度，RMP 都应明确定值的研究要求，以便对每个待定特性值的定值都具有适当的溯源性和足够的可靠性。为此，RMP 应：

a) 制定一个清晰描述所实施任务的测量计划，并将之告知负责定值测量的所有人员。”

b) 对于标准值，通过使用来自每个实验室的数据，证明每个相关实验室的能力，这些数据不是获得自待定值材料。”

A 7.12.4 为保证定值结果的溯源性和可靠性，应针对影响定值结果及其不确定度的测量过程制定要求，并确保被相关人员掌握。

注 1：称量法定值时，应针对所用气瓶包括阀门的材质和处理（如预饱和、抽真空程度等）、原料纯度、稀释流程设计、称量方法（是否采用替代法）等过程制定要

求，以保证定值结果的溯源性和可靠性。

7.13 特性值及其不确定度的确定

“7.13.1 RMP 应采用文件化程序确定特性值。”

A 7.13.1 放压试验和稳定性研究结果符合预期要求的标准气体候选物方可确定特性值。应根据所采用的定值方法建立确定标准值的程序。

“7.13.2 如适用，这些程序应包括：

- a) 实验设计的细节与所采用各项统计技术；
- b) 异常结果（包括离群值）的处理和调查策略；
- c) 当采用不同测量不确定度的各种方法或不同实验室时，对所赋予特性值的贡献是否采用加权技术；
- d) 确定特性值不确定度所采用的方法；
- e) 任何其他可能影响特性值赋予的重要因素；”

A 7.13.2 称量法定值时，应对原料气的纯度确认、具体制备称量方法和标准值的计算进行规定，并按照本文件 7.9.1 要求确认标准值的计量溯源性。比较法定值时，应对分析方法计量性能确认以及采用校准测量模型进行规定。杂质扣除法应参照 ISO 19229 的规定执行。

7.14 标准物质/标准样品文件和标签

“7.14.2 标准物质/标准样品证书和产品说明书应包括以下内容：

- h) 储存信息；
- i) 充分确保标准物质/标准样品完整性的处置与使用说明；”

A 7.14.2 气体标准物质/标准样品证书和产品说明书应包括以下内容：

- h) 储存时要确保通风，防止泄漏和玷污，气瓶应远离热源，避免阳光直射，防止撞击；
- i) 使用时环境温度应高于露点温度，确保气体标准物质/标准样品的均匀性和稳定性；气瓶使用压力下限；使用中选用适当的压力调节器，确保通风，气瓶应远离热源，避免阳光直射，防止撞击；操作人员应站在侧面开启阀门。

7.16 质量记录与技术记录的控制

“7.16.3 所有的记录应清晰明了，并以易于检索的方式储存和保管在具有适宜环境的设施中，以防记录损坏、变质或丢失。记录的保存期应按客户或其他相关的要求确定，并在文件中规定。

注：记录可存于任何媒体上，如硬拷贝或电子媒体。”

A 7.16.3 RMP 标准气体的记录应包括根据制备要求的设计记录（包括可燃气体安全性

评估、原料纯度的要求、钢瓶类型、阀门要求、配制压力选择、目标组分加入量、加入顺序、设计人、验证人、审批人), 配制记录(钢瓶信息、环境信息、原料信息、实际加入量、配制压力、配制人), 分析检测记录(分析仪器及方法信息、所用标准气体信息、分析数据、分析人), 收发记录。

“7.16.4 当记录中出现错误时, 每一错误应划改, 不可擦涂掉, 以免字迹模糊或消失, 并将正确的信息写在其旁边。对记录的所有改动应有改动人的签字或签名缩写, 并由改动人注明变更日期。对电子存储的记录也应采取等效措施, 以防原始信息丢失或改动。”

A 7.16.4 当使用电子方式记录或(和)存储原始记录时, 应满足以下要求: 自动测量(装置)系统通过自动方式生成的原始记录, 应有措施防止其被人为的修改; 将原始观察数据经人工直接输入到计算机或其他自动存储设备汇总生成的原始记录, 一般情况下应由原测量人员或其授权的人员修改; 先在纸质材料上记录原始观察数据, 再输入计算机或其他自动存储设备中生成的测量记录, 应同时保存原纸质记录或通过扫描、复印、照相等方式转化为电子记录保存。(识别气体领域特色需求, 若没有可删除; 如称量法制备的标气对核验如何要求等)
